

DERWENT- 1980-46370C
ACC-NO:
DERWENT- 198027
WEEK:

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Large scale endothermic or exothermic processes - are carried out in vessels with inner wall fitted with heat exchanger elements to promote heat transfer

INVENTOR: KOMISCHKE, P; PRELL, L ; WISSEL, K

PATENT-ASSIGNEE: HOECHST AG[FARH] , KNAPSACK AG[KNAP]

PRIORITY-DATA: 1978DE-2854450 (December 16, 1978)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|------------|---------------------|----------|-------|----------|
| DE 2854450 | A June 26, 1980 | N/A | 000 | N/A |
| CA 1123422 | A May 11, 1982 | N/A | 000 | N/A |
| CS 7908703 | A June 30, 1981 | N/A | 000 | N/A |
| DD 146898 | A March 11, 1981 | N/A | 000 | N/A |
| DE 2964327 | G January 20, 1983 | N/A | 000 | N/A |
| DK 7905344 | A July 14, 1980 | N/A | 000 | N/A |
| EP 12410 | A June 25, 1980 | G | 000 | N/A |
| EP 12410 | B December 15, 1982 | G | 000 | N/A |
| NO 7904095 | A July 14, 1980 | N/A | 000 | N/A |

DESIGNATED-STATES: AT BE CH DE FR GB IT LU NL SE AT BE CH DE FR GB IT
LU NL SE

CITED-DOCUMENTS: DE 1032229; DE 1601158 ; DE 1910824 ; DE 2005145 ; DE 2032700 ; DE 709968 ; GB 1453614 ; US 2545371 ; US 4107410

INT-CL (IPC): B01J001/00, B01J003/04 , B01J019/00 , C08F002/16 , C08F114/06 , F28D001/06 , F28F009/24

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 2854450A

BASIC-ABSTRACT:

Large scale endothermic or exothermic processes are carried out in a

vessel provided with a heat exchanger for indirect heating and cooling by arranging the heat exchanger heat transfer surfaces on the inner wall of the vessel.

Used for polymerisation of monomers, part. suspension polymerisation of vinyl chloride. Heating surface for a given size of vessel can be increased up to 57% and more, w.r.T. vessel with smooth inner wall. Flow conditions are improved by improved heat transfer and caking of walls is prevented.

TITLE- SCALE ENDOTHERMIC EXOTHERMIC PROCESS CARRY VESSEL INNER
TERMS: WALL FIT HEAT EXCHANGE ELEMENT PROMOTE HEAT TRANSFER

DERWENT-CLASS: A14 J04 Q78

CPI-CODES: A04-E02A; A10-B05; A10-G; J04-X;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0008 0209 0224 0229 0759 1981 2007 2028 2066 2076 2083
2272 2279 2339 2363 2546 2585 2646

Multipunch 011 03- 031 061 062 063 231 240 244 245 252 264 266 267
Codes: 311 318 327 347 357 371 44& 478 504 575 581 583 589 688
691

⑤ Int. Cl. ³ = Int. Cl. ²

Int. Cl. ²:

F 28 D 1/06

C 08 F 2/00

B 01 J 1/00

⑯ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES  **PATENTAMT**

DE 28 54 450 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 28 54 450

⑫

Aktenzeichen:

P 28 54 450.5

⑬

Anmeldetag:

16. 12. 78

⑭

Offenlegungstag:

26. 6. 80

⑮

Unionspriorität:

⑰ ⑱ ⑲ —

⑥

Bezeichnung:

Verfahren und Vorrichtung zur großtechnischen Durchführung
exothermer und endothermer Prozesse in einem Behälter

⑦

Anmelder:

Hoechst AG, 6000 Frankfurt

⑧

Erfinder:

Komischke, Peter, 5030 Efferen; Wissel, Kurt, Dipl.-Ing. Dr.,
5301 Urfeld; Prell, Lorenz, 5030 Knapsack

DE 28 54 450 A 1

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

HOE 78/H 034

- 5 Verfahren und Vorrichtung zur großtechnischen
Durchführung exothermer und endothermer Pro-
zesse in einem Behälter

10

Patentansprüche

- (1) Verfahren zur großtechnischen Durchführung exothermer
und endothermer Prozesse in einem Behälter durch indi-
15 rekte Kühlung oder Erwärmung mit Hilfe eines Kühl- oder
Heizmediums, welches durch einen zwischen der Wand des
Behälters und einer darauf angebrachten Wärmetauschfläche
gebildeten Raum hindurchgeführt wird, dadurch gekenn-
20 zeichnet, daß die Wärmetauschfläche auf der Innenwand
des Behälters angebracht ist.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
der Druck des Kühl- oder Heizmediums in dem Raum zwischen
der Wand des Behälters und der darauf angebrachten Wärme-
25 tauschfläche dem Druck innerhalb des Behälters stetig
angepaßt wird.
- 3) Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch
1 oder 2, bestehend aus einem mit Stromstörblechen ver-

030026/0259

ORIGINAL INSPECTED

- sehenen Behälter, in welchem sich mindestens ein mehrflügeliges Rührwerk befindet, und auf dessen Wand Wärmetauschkonstruktionen angeordnet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschkonstruktionen (4) auf der Innenwand des Behälters (1) angeordnet sind.
- 5
- 4) Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Wärmetauschkonstruktion (4) eine Halbrohrschlange dient.
- 10
- 5) Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Halbrohrschlange eng gewickelt ist.
- 15
- 6) Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschkonstruktion (4) wellblechartig ausgebildet ist.
- 20
- 7) Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Wärmetauschkonstruktion (4) Kanäle aus Winkelprofilen dienen.
- 25
- 8) Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauschkonstruktionen (4) aufgeschweißt sind.
- 30
- 9) Anwendung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 und 2 zur Zuführung der Aufheizenergie und/oder zur Abführung der Reaktionswärme bei der Polymerisation von Monomeren, insbesondere bei der Suspensions-Polymerisation von Vinylchlorid.

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

HOE 78/H 034

- 5 Verfahren und Vorrichtung zur großtechnischen
Durchführung exothermer und endothermer Pro-
zesse in einem Behälter

10

- Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur groß-
technischen Durchführung exothermer und endothermer Prozesse
in einem Behälter durch indirekte Kühlung oder Erwärmung mit
Hilfe eines Kühl- oder Heizmediums, welches durch einen
15 zwischen der Wand des Behälters und einer darauf angebrach-
ten Wärmetauschfläche gebildeten Raum hindurchgeführt wird,
eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens sowie die
Anwendung dieses Verfahrens zur Zuführung der Aufheizenergie
und/oder zur Abführung der Reaktionswärme bei der Polymeri-
20 sation von Monomeren, insbesondere bei der Suspensions-Poly-
merisation von Vinylchlorid.

- Es ist bekannt, zur Wärmezufuhr und -abfuhr und gegebenenfalls
gleichzeitigen Durchmischung chemisch miteinander reagie-
25 render Flüssigkeiten oder Feststoffpartikel temperierte
Kessel zu verwenden, wobei diese Kessel insbesondere bei
Krustenbildung bequeme Reinigungsmöglichkeiten bieten. Die
Kessel können durch einen außen angebrachten Mantel gekühlt
oder beheizt werden, wobei der Wärmeübergang um ein Mehr-
30 faches verbessert werden kann, wenn der Kessel mit einem

030026/0259

Rührwerk versehen ist. Dabei kann der Kessel als Mantel beispielsweise aufgeschweißte Halbrohrschlangen oder Winkelprofile aufweisen ("Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie", 4. Auflage, Band 2, 1972, Seiten 5 439 und 440).

- Zur Durchführung von Polymerisationen, beispielsweise Suspensions- oder Massepolymerisationen, in Großansätzen werden Autoklaven verwendet, wobei die Temperatur im
- 10 Autoklav durch Abfuhr der Polymerisationswärme konstant auf einem optimalen Wert gehalten wird. Die Wärmeabfuhr erfolgt dabei durch die Wand des Autoklaven, welcher einen von einem Kühlmedium durchströmten Doppelmantel aufweist (DE-AS 2 038 363, DE-PS 2 032 700).
- 15 Nachteilig ist insbesondere die Erwärmung oder Kühlung eines großen Behälters durch seine Wand, weil bei ihm das Verhältnis von Wandfläche zu Behältervolumen besonders ungünstig ist, woraus ein pro Zeit- und Volumeneinheit geringer spezifischer Durchsatz resultiert.
- 20 Hinzu kommt, daß die Wandstärke bei Behältern mit zunehmender Größe, insbesondere bei Druckbehältern, überproportional erhöht werden muß, wodurch der auf die Flächeneinheit bezogene Wärmedurchgang zusätzlich verschlechtert wird. Man kann zwar die Wärmetauschfläche
- 25 durch den Einbau von Kühlschlangen, Kühlfingern oder Kühlplatten über die Fläche des Behältermantels hinaus vergrößern. Jedoch werden einerseits durch solche Einbauten, welche in der Regel technisch komplizierte Konstruktionen darstellen, die Rühr- und Strömungsver-
- 30 hältnisse im Behälter ungünstig beeinflusst und andererseits ist eine Reinigung eines mit Einbauten versehenen Behälters, welche bei der Durchführung von Anbackungen hervorrufenden Prozessen, beispielsweise Polymerisationen, häufig erfolgen muß, in der Regel erst nach Ausbau der
- 35 Einbauten möglich. Ein weiterer Nachteil sind schließlich die bei Einbauten stets auftretenden strömungstoten
-

030026/0259

Ecken, an denen bevorzugt Anbackungen auftreten, welche den Wärmeübergang verschlechtern und insbesondere bei Polymerisationen durch Eintragen von Bruchstücken in das erzeugte Produkt dessen Qualität herabsetzen.

5

Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur großtechnischen Durchführung exothermer und endothermer Prozesse in einem Behälter anzugeben, wobei der Raum zwischen der Wand des Behälters und einer darauf angebrachten Wärmetauschfläche von einem flüssigen Medium zum Entzug oder zur Übertragung von Wärme aus oder in den Behälterinhalt durchströmt wird, bei welchen die dem Behälterinhalt zugewandte temperierte Fläche vergrößert ist. Das wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß die Wärmetauschfläche auf der Innenwand des Behälters angebracht ist.

Weiterhin kann beim Verfahren gemäß der Erfindung auch der Druck des Kühl- oder Heizmediums in dem Raum zwischen der Wand des Behälters und der darauf angebrachten Wärmetauschfläche dem Druck innerhalb des Behälters stetig angepaßt werden. In diesem Fall kann die Wandstärke der Wärmetauschfläche auch bei hohen Drucken innerhalb des Behälters klein und damit der Wärmedurchgangswiderstand niedrig gehalten werden.

Bei dem beim Verfahren gemäß der Erfindung verwendeten Behälter ist die Wärmeaustauschfläche bis zu 57 % größer als bei einer glatten Behälterwand. Darüberhinaus werden dabei der Wärmetransport durch die Wand durch die auftretenden günstigen Strömungsverhältnisse gefördert und gleichzeitig eventuelle Feststoffanbackungen an der Wand unterdrückt.

030026/0259

Eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, welche aus einem mit Stromstörblechen versehenen Behälter besteht, in dem sich mindestens ein mehrflügeliges Rührwerk befindet und auf dessen Wand
5 Wärmetauschkonstruktionen angeordnet sind, kann dadurch gekennzeichnet sein, daß die Wärmetauschkonstruktionen auf der Innenwand des Behälters angeordnet sind.

Die genannte Vorrichtung kann wahlweise auch noch dadurch
10 ausgestaltet sein, daß

- a) als Wärmetauschkonstruktion eine Halbroherschlange dient,
 - 15 b) die Halbroherschlange eng gewickelt ist,
 - c) die Wärmetauschkonstruktion wellblechartig ausgebildet ist,
 - 20 d) als Wärmetauschkonstruktion Kanäle aus Winkelprofilen dienen,
 - e) die Wärmetauschkonstruktionen aufgeschweißt sind.
- 25 Bei der genannten Vorrichtung kann die Wandstärke der Wärmetauschkonstruktionen kleiner gewählt werden, da die Wand des Behälters für mechanische Stabilisierung sorgt. Dadurch wird der Wärmedurchgang deutlich verbessert. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen,
30 daß Behälter, welche einem Druck von beispielsweise 17 bar standhalten sollen, mit steigendem Volumen eine größere Wandstärke ($25 \text{ m}^3 : 17 \text{ mm}$; $100 \text{ m}^3 : 25 \text{ mm}$; $200 \text{ m}^3 : 38 \text{ mm}$) aufweisen müssen, während die Wärmetauschkonstruktion bei der Vorrichtung zur Durchführung
35 des erfindungsgemäßen Verfahrens in allen Fällen nur eine Wandstärke von etwa 3 mm erfordert. In der beige-

fügten graphischen Darstellung ist die übertragbare Wärmeleistung für Behälter verschiedener Größe wiedergegeben; und zwar gilt Kurve 1 für Behälter nach dem Stand der Technik und Kurve 2 für Vorrichtungen zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Der Behälter der erfindungsgemäßen Vorrichtung enthält keine strömungstoten Ecken und ist manuell oder mit Hilfe von Hochdruckwasser leicht zu reinigen, ohne daß vorher im Behälterinnern Demontagen durchgeführt werden müssen.

Wendet man das erfindungsgemäße Verfahren auf die Polymerisation von Monomeren an, so kann die Aufheizzeit bei gleicher Temperatur des Heizmediums verkürzt bzw. in gleicher Zeit bei niedrigerer Temperatur des Heizmediums aufgeheizt werden. Bei der diskontinuierlichen Durchführung des Suspensions-Polymerisationsprozesses zur Herstellung von Polyvinylchlorid wird dadurch die Anbackung von Polymerisat an der Wand verringert und damit die Qualität des Produktes verbessert (Verringerung der Zahl der sog. Stippen).

In der Zeichnung ist eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens schematisch und teilweise im Schnitt dargestellt.

Im zylindrischen Behälter 1 sind mehrere Stromstörbleche 3 angebracht. Im unteren Bereich des Behälters 1 befindet sich ein mehrflügeliges Rührwerk 2, dessen Welle den Boden des Behälters 1 durchdringt. Im vertikalen Bereich des Behälters 1 ist als seine Wärmetauschkonstruktion 4 eine eng gewickelte Halbrohrschlange aufgeschweißt, durch welche mit Hilfe eines Eintrittsstutzens 5 und eines Austrittsstutzens 6 Heiz- bzw. Kühlmedium hindurchleitbar ist.

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erreichbaren Vorteile werden anhand der folgenden Beispiele dargelegt.

5 Beispiel 1 (Stand der Technik)

Ein für einen Druck von 17 bar ausgelegter, stehend angeordneter, 25 m³ fassender, mit einem Rührwerk versehenen, zylindrischer Behälter, auf dessen Außenwand
10 eine Halbroherschlange aufgeschweißt ist (vergl. "Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie", 4. Auflage, Band 2, Seite 439, Abb. 16 D), wurde mit 24 m³ Wasser von 20° C gefüllt. Nach Einschalten des Rührers wurde durch die Halbroherschlange Heißwasser (95° C) hin-
15 durchgeleitet und die Aufheizzeit, bis das im Behälter befindliche Wasser eine Temperatur von 55° C aufwies, zu 36 Minuten ermittelt. Die pro Zeiteinheit zugeführte Wärmemenge betrug $1,63 \times 10^3$ kW.

20

Beispiel 2 (Stand der Technik)

In den im Beispiel 1 verwendeten Behälter wurden 24 m³ Wasser von 55° C vorgelegt. Nach Einschalten des Rührers
25 wurde Wasser von 20° C durch die Halbroherschlange geführt und stündlich 1400 kg Sattedampf (120° C) in den Behälter eingeleitet, wodurch das im Behälter befindliche Wasser konstant auf 55° C gehalten wurde. Die pro Zeiteinheit abgeführte Wärmemenge betrug $0,962 \times 10^3$ kW.

30

Beispiel 3 (erfindungsgemäß)

Ein für einen Druck von 17 bar ausgelegter, stehend angeordneter, 25 m³ fassender, mit einem Rührwerk versehenen, zylindrischer Behälter, auf dessen Innenwand

ine Halbroherschlange von 3 mm Wandstärke aufgeschweißt ist, wurde mit 24 m³ Wasser von 20° C gefüllt. Nach Einschalten des Rührers wurde durch die Halbroherschlange Heißwasser (95° C) hindurchgeleitet und die Aufheizzeit, bis das im Behälter befindliche Wasser eine Temperatur von 55° C aufwies, zu 20 Minuten ermittelt. Die pro Zeiteinheit zugeführte Wärmemenge betrug 2,97 x 10³ kW; d. h. 182 % der Wärmemenge, welche nach dem Stand der Technik (vergl. Beispiel 1) zuführbar ist.

10

Beispiel 4 (erfindungsgemäß)

In den im Beispiel 3 verwendeten Behälter wurden 24 m³ Wasser von 55° C vorgelegt. Nach Einschalten des Rührers wurden Wasser von 20° C durch die Halbroherschlange geführt und stündlich 2480 kg Sattedampf (120° C) in den Behälter eingeleitet, wodurch das im Behälter befindliche Wasser konstant auf 55° C gehalten wurde. Die pro Zeiteinheit abgeführte Wärmemenge betrug 1,70 x 10³ kW; d. h. 177 % der Wärmemenge, welche nach dem Stand der Technik (vergl. Beispiel 2) abführbar ist.

20

25 Beispiel 5 (Stand der Technik)

In den im Beispiel 1 verwendeten Behälter wurden nach Einschalten des Rührers folgende Substanzen eingefüllt:

30 13800 kg entmineralisiertes Wasser
 3,1 kg teilverseiftes Polyvinylacetat
 2,6 kg Hydroxypropylmethylcellulose
 15 kg Sorbitanmonolaurat

35 Nach Verdrängen der Luft durch Evakuieren wurden 8300 kg Vinylchlorid und 5 kg Bis-(2-äthylhexyl)peroxidcarbonat (65%ig) zugegeben. Durch Durchleiten von Heißwasser (95° C)

030026/0259

durch die Halbroherschlange wurde der Behälterinhalt in 29 Minuten auf 55°C , die Reaktionstemperatur, erwärmt. Nach Erreichen der Reaktionstemperatur wurde Wasser von 20°C so durch die Halbroherschlange geführt, daß diese
5 Temperatur konstant gehalten wurde.

Nach beendeter Polymerisation wurde der Behälter entspannt, die Suspension durch Strippen mit Wasserdampf vom restlichen Vinylchlorid befreit und das Polyvinylchlorid aus der Suspension abgeschleudert. Es wurden je Stunde 995 kg Polyvinylchlorid erzeugt.
10

Zur Qualitätsbeurteilung des erzeugten Polyvinylchlorids wurden durchgeführt:

15

a) Bestimmung des K-Wertes (nach DIN 53 726, Ausgabe Juni 1961) : 70

b) Bestimmung des Schüttgewichtes: 470 g/cm^3

c) Ausführung des sog. Stippentestes. Hierzu wurde ein
20 Walzfell von 0,2 mm Stärke hergestellt, wozu das Produkt 15 min bei 140°C gewalzt wurde. Durch Auszählen von je 100 cm^2 Folie wurde als Mittel aus 5 Auszählungen die Zahl der Stippen zu 12 ermittelt.

25

Der Behälter wurde schließlich mit Hochdruckwasser von 250 bar gereinigt. Das Reinigungswasser wurde filtriert und ca. 0,5 kg Feststoffanteile ermittelt, welche von den Wandverkrustungen des Behälters herrühren.

Beispiel 6 (erfindungsgemäß)

- In den im Beispiel 3 verwendeten Behälter wurden die im
- 5 Beispiel 5 genannten vier Substanzen unter Rühren eingeführt. Nach Verdrängen der Luft durch Evakuieren wurden 8300 kg Vinylchlorid und 6,1 kg Bis-(2-äthylhexyl)peroxidicarbonat (65 %ig) zugegeben. Durch Durchleiten von Heißwasser (95°C) durch die Halbrohrschlange
- 10 wurde der Behälterinhalt in 14 Minuten auf 55°C , die Reaktionstemperatur, erwärmt. Nach Erreichen der Reaktionstemperatur wurde Wasser von 20°C so durch die Halbrohrschlange geführt, daß diese Temperatur konstant gehalten wurde.
- 15 Nach beendeter Polymerisation wurde, wie in Beispiel 5 angegeben, weiterverfahren. Dabei wurden je Stunde 1250 kg Polyvinylchlorid, d. h. 126 % in Bezug auf den Stand der Technik (vergl. Beispiel 5), erzeugt. Im Reinigungswasser wurden 0,2 kg Feststoffanteile ermittelt, welche von den
- 20 Wandverkrustungen des Behälters herrühren.

Zur Qualitätsbeurteilung des erzeugten Polyvinylchlorids wurden die Tests wie in Beispiel 5 durchgeführt:

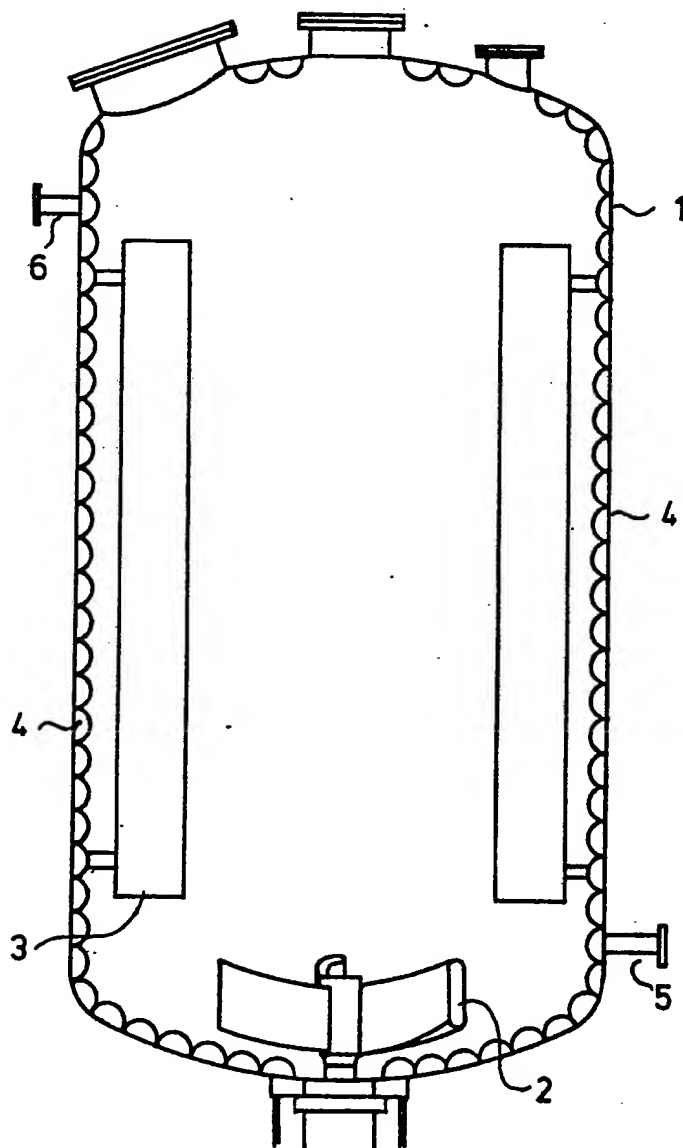
- 25 a) K-Wert: 70
b) Schüttgewicht: 475 g/cm^3
c) 5 Stippen je 100 cm^2 Folie

- 13 -

2854450

Numer:
Int. Cl.2:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

28 54 400
F 28 D 1/00
18. Dezember 1978
28. Juni 1980

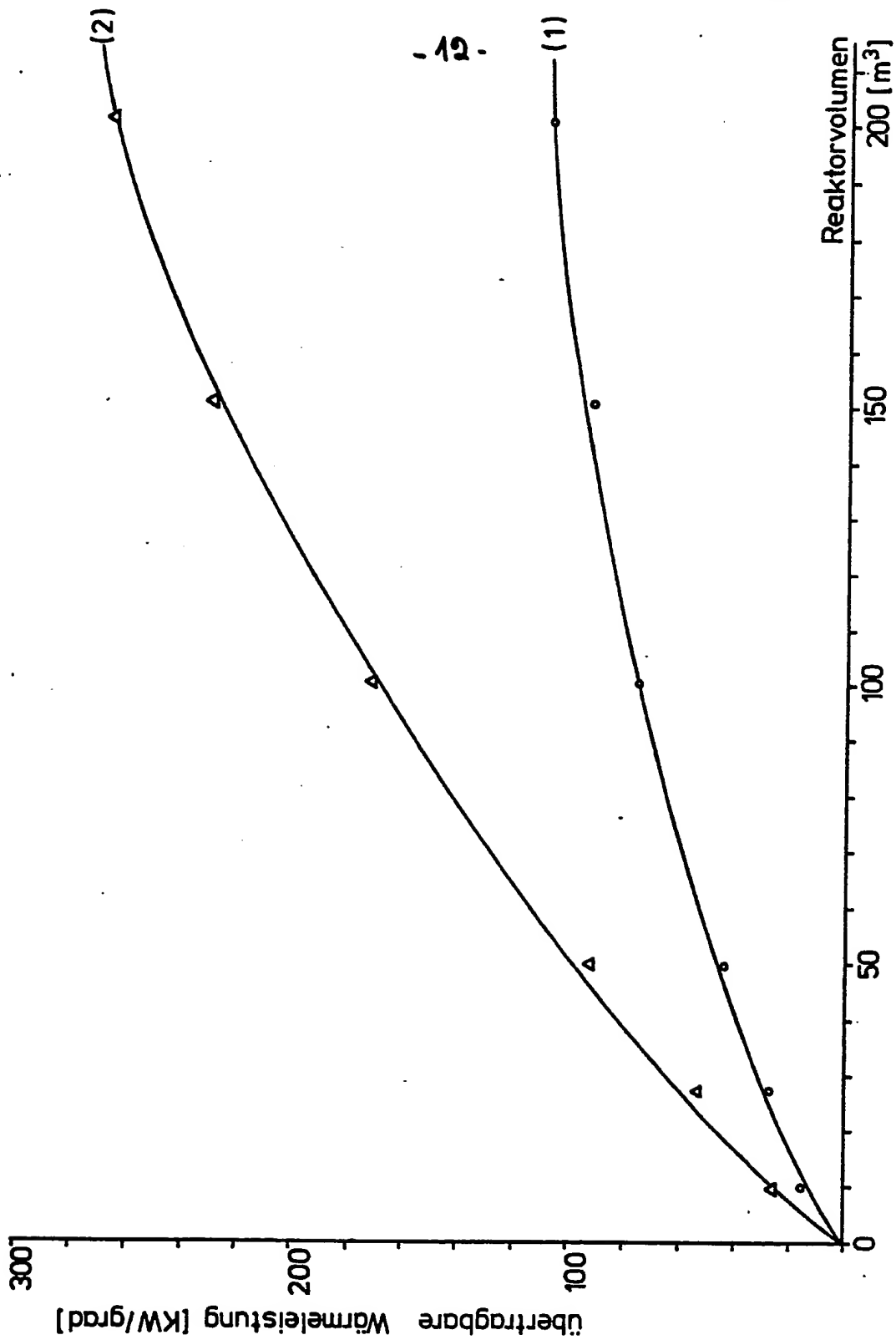


ORIGINAL INSPECTED

Blatt 1

030026/0259

2854450



Blatt 2

030026/0259